

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 75 13374

(54) Procédé de fabrication de matériaux à base de silicate alcalin expansé.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). C 04 B 21/02; E 04 B 1/62.

(22) Date de dépôt 29 avril 1975, à 15 h 3 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 48 du 26-11-1976.

(71) Déposant : SOCIETE RHONE-POULENC INDUSTRIES, résidant en France.

(72) Invention de : Michel Sleghem.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Valentine Brunero, 25, quai Paul-Doumer, 92408 Courbevoie.

L'invention concerne des matériaux minéraux pouvant être appliqués comme matériaux d'isolation non combustibles, ainsi que leur procédé de fabrication.

On sait préparer des matériaux à base de silicate alcalin expansé, par des procédés qui en général, font appel à deux opérations, d'abord mélange du silicate alcalin en solution aqueuse, avec un composé capable de dégager un gaz, ou porophore, puis chauffage pour provoquer l'expansion ; il est souvent encore nécessaire de terminer par un séchage et un refroidissement. Les porophores à base de composés organiques ont l'inconvénient de présenter un défaut de tenue au feu, c'est pourquoi on recherche un matériau entièrement minéral ; en effet il est actuellement nécessaire de fournir pour la construction des matériaux d'isolation thermique et acoustique capables de remplacer les matériaux de mousse organique qui sont inflammables ou susceptibles de provoquer des gaz toxiques en cas d'incendie.

On connaît le rôle de porophores des éléments à caractère métallique finement divisés qui dégagent de l'hydrogène en milieu aqueux alcalin selon des réactions exothermiques. Il a été proposé d'utiliser la réaction de l'aluminium finement divisé pour réaliser des mousses à partir de silicate de sodium notamment par le procédé du brevet US 3.396.112. On produit ainsi des mousses légères mais friables dont les applications sont limitées. On sait augmenter la densité en ajoutant des charges inertes au mélange, notamment dans le procédé de la demande française 2.060.353. Un tel procédé demande une longue étape de chauffage à température très élevée et fournit un produit à pores très fins.

On connaît aussi l'action du silicium, qui est analogue à celle de l'aluminium, et qui a été mise à profit notamment dans le procédé du brevet US 2.013.981 pour préparer une mousse de métasilicate soluble utilisée en détergence. On sait aussi que l'ajout de charges nécessite un chauffage poussé jusqu'à au moins 750°C dans le procédé de la demande de brevet français 2.081.104.

On n'a jamais pu, par ces procédés, fournir dans des conditions économiquement acceptables, un matériau utilisable en construction.

L'invention se distingue des procédés connus en ce qu'elle permet de produire rapidement et sans aucun apport de calories extérieur, un matériau entièrement minéral, poreux, de faible densité et de résistance mécanique élevée à partir de silicate

alcalin en solution aqueuse.

Le procédé de préparation de matériau de faible densité et de résistance mécanique élevée utilise la réaction d'une solution aqueuse de silicate d'un métal alcalin sur des éléments finement divisés agissant en tant qu'agents porophores, selon l'invention dans la première étape on mélange une solution aqueuse d'un silicate d'un métal alcalin avec un agent porophore constitué par un mélange des éléments Al et Si finement divisés et avec une matière de charge active jusqu'à obtenir un mélange homogène, puis dans une deuxième étape on coule le mélange obtenu dans un moule d'un volume supérieur au volume du mélange et dont les parois sont munies de perforations, de manière à permettre l'expansion du mélange et l'évacuation des calories et de la vapeur d'eau produites par la réaction, enfin dans une troisième étape on sépare du moule un matériau moulé poreux séché grâce aux calories produites par la réaction et qui présente une faible densité, une résistance mécanique élevée et des pores de diamètre pratiquement uniforme.

On choisit une solution de silicate de sodium dans laquelle le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est compris entre 1 et 3, et dans laquelle le taux de matières solides est compris entre 33 et 45 % en poids.

On préfère le plus généralement une solution de silicate de sodium dans laquelle le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est de l'ordre de 2 à 2,2. On choisit les éléments Al et Si sous forme de poudre ayant une granulométrie de 10 à 100 microns. On choisit de préférence l'aluminium de qualité dite "peinture". La quantité totale d'agent porophore est généralement comprise entre 2 et 15 % en poids rapportée à la quantité en poids de solution de silicate alcalin. On choisit avantageusement une quantité totale d'agent porophore comprise entre 5 et 10 % en poids de silicate alcalin.

Il est avantageux de choisir dans l'agent porophore une quantité en poids d'aluminium comprise entre 0,1 et 10 % et une quantité en poids de silicium comprise entre 0,1 et 10 %, ces quantités étant rapportées à la solution de silicate alcalin.

D'une manière générale on observe que le mélange une fois préparé dans la première étape du procédé, ne réagit pas immédiatement, et on met à profit le laps de temps qui précède le début de la réaction exothermique pour mettre en forme dans les moules le mélange, cette mise en forme et la réaction d'expansion constituant la deuxième étape. On observe le début de la réaction au moyen de l'élévation de la température qui peut atteindre une

température de l'ordre de 110°C au bout d'un temps variant entre 3 et 120 minutes. Précédant l'élévation de température, on observe la formation de bulles, le gonflement de l'ensemble du mélange qui, par l'émission d'hydrogène, s'expande à froid de 3 à 7 fois environ son volume initial. Puis on observe un dégagement gazeux important, les gaz émis à ce moment sont constitués en majorité de vapeur d'eau accompagnée d'une petite quantité d'hydrogène. Les calories dégagées par les réactions provoquent la vaporisation de la quasi totalité de l'eau de la solution aqueuse de silicate alcalin, sans aucun apport de calories ; en effet, d'une manière inattendue et qui caractérise l'intention, on réalise le procédé sans aucun chauffage, et on obtient une mousse pratiquement sèche et assez résistante pour pouvoir être démoulée immédiatement ; le démoulage constitue la troisième étape.

La durée totale des deux premières étapes est généralement de l'ordre de quelques minutes, elle n'excède pas dix minutes dans la plupart des cas.

On mélange au silicate et au porophore dans la première étape, une quantité pouvant aller de 5 à 40 et jusqu'à 150 % en poids par rapport au silicate alcalin d'une matière finement divisée et choisie parmi les ciments, l'anhydrite synthétique, la chaux éteinte, la matière choisie sera appelée dans tout ce qui suit charge active. On a trouvé que les matières énumérées ci-dessus ont une action favorable sur la réaction et confèrent au produit final des propriétés intéressantes. En effet, les matières de charge active ont, soit une réaction alcaline et déshydratante, qui d'une manière connue, accélère l'action des porophores, soit une action déshydratante qui accélère le séchage. De plus, elles apportent dans la composition du produit final leurs propriétés mécaniques, et on observe en outre que les propriétés de résistance mécanique continuent d'évoluer pendant plusieurs heures après la fin du procédé de fabrication. On peut attribuer cette action à une cristallisation qui absorbe le peu d'eau qui pourrait rester dans le matériau après l'évaporation quasi totale de la solution aqueuse de silicate alcalin.

On a trouvé avantageux de choisir parmi les ciments, les qualités dites CPA, ou CPAC, ou CPAL, ou encore CPALC, qualités définies dans la norme française NF P 15 302 Octobre 1964 et son additif Mars 1967.

On met en oeuvre de préférence une quantité de charge active

comprise entre 5 et 100 % de celle du silicate alcalin, et, avantageusement, comprise entre 10 et 20 %.

A titre de variante, on peut encore mettre en oeuvre le procédé de l'invention en ajoutant au mélange dans la première
5 étape une ou plusieurs matières minérales de charge inerte dans les conditions de la réaction, finement divisées et insolubles, et que l'on appellera dans tout ce qui suit charge inactive. On choisit généralement une charge inactive dans le groupe formé par les kaolins, notamment les kaolins colloïdaux qui peuvent être
10 calcinés, les kaolins naturels, les argiles, par exemple la bentonite, les silices, comme par exemple les silices naturelles et notamment les silices kaoliniques à 10 % d'alumine, les sulfates de calcium dihydratés de toute origine, le sulfate de baryum, les alumines comme l'alumine calcinée, les silicates alcalins terreux
15 par exemple le talc, le silicate de magnésium, la poudre d'ardoise, le silicate d'alumine, les carbonates doubles de Mg-Ca, par exemple les dolomies, les oxydes tels que ceux du magnésium ou d'antimoine ou de toute autre matière analogue. On choisit en général leur granulométrie inférieure à 100 microns. La présence de charge
20 inactive confère au produit final une résistance mécanique élevée et on les ajoute le plus généralement en quantité comprise entre 5 et 150 % en poids par rapport au silicate alcalin, et de préférence, entre 60 et 120 %.

On met en oeuvre la deuxième étape du procédé de l'invention
25 à l'aide de moule, généralement de forme parallélépipédique et réalisé en métal, et dont les parois sont munies de perforations. On choisit le volume du moule de 3 à 7 fois environ le volume du mélange liquide. Il est avantageux de revêtir intérieurement le moule d'au moins une feuille mince d'un matériau poreux et résis-
30 tant comme un non-tissé, un feutre ou encore un non-tissé de fibres de verre. On a aussi l'avantage d'améliorer la diffusion de la vapeur et d'éviter des condensations possibles de vapeur sur les parties froides du moule.

On obtient par la mise en oeuvre du procédé de l'invention
35 un matériau dont on peut déterminer à l'avance la densité au moyen du réglage de la quantité d'agent porophore et de la quantité totale de charges actives et inactives. On peut ainsi préparer des produits dont les densités sont comprises entre 0,20 et 0,50 et qui répondent à la plupart des utilisations courantes. Pour cela
40 on choisit la quantité d'agent porophore à mettre en oeuvre, dans

la limite des quantités décrites plus haut, en se basant sur le fait que les densités les plus faibles sont obtenues grâce aux quantités les plus élevées de poropore, et aussi aux quantités dans lesquelles le rapport Al/Si est le plus élevé. On dispose
5 donc d'un moyen de déterminer à l'avance les propriétés du produit obtenu.

On préfère notamment pour les matériaux d'isolation des densités de l'ordre de 0,20 à 0,35.

On observe des porosités telles que les diamètres des pores
10 sont pratiquement uniformes, en effet au moins 80 % des pores ont un diamètre identique. En référence à ce diamètre prédominant on classe les matériaux de l'invention en matériau à petites alvéoles, de diamètre compris approximativement entre 0,1 et 0,3 mm, qui sont obtenus grâce à la mise en oeuvre d'un agent poropore dans lequel
15 le rapport Al/Si est élevé, en matériau à grosses alvéoles, de diamètre entre 4 à 5 et 8 mm, ces matériaux sont obtenus grâce à un poropore dans lequel le rapport Al/Si est faible, et des matériaux à alvéoles moyennes, de diamètre entre 0,3 et 4 mm, obtenus grâce à un poropore dans lequel le rapport Al/Si est voisin de 1.

20 Il était imprévisible qu'on obtienne par le procédé de l'invention des matériaux de porosité uniforme, en effet, si on sait que le silicium donne de gros pores très irréguliers et l'aluminium de petits pores, on aurait pu s'attendre à trouver dans le matériau de l'invention les gros pores pouvant être attribués au
25 silicium à côté des petits pores de l'aluminium. C'est un avantage de l'invention de pouvoir déterminer à l'avance l'aspect et les caractéristiques physiques du matériau produit.

On observe des résistances en compression qui sont fonction à la fois de la quantité totale de poropore, de la valeur du rapport Al/Si dans le poropore, et de la quantité de charges actives
30 et inactives ; les résistances en compression sont comprises entre 3 kg/cm² et jusqu'à 50 kg/cm² ou davantage.

On préfère pour la production de matériaux de construction, par exemple, des éléments de cloison, des produits présentant une
35 résistance en compression supérieure à 10 kg/cm². Pour des matériaux de décoration ou d'isolation on préfère des produits présentant une résistance en compression inférieure à 10 kg/cm².

La résistance en compression est d'autant plus élevée que le rapport Al/Si est plus faible.

40 Les coefficients d'isolation thermique et phonique sont

excellents ; la solubilité à l'eau est de l'ordre de 6 à 8 %.

La durée totale du procédé est réglable entre 3 et 120 minutes, au moyen du réglage de la quantité totale d'agent poropore entre 2 et 15 % et du rapport Al/Si dans le poropore, la durée
5 étant d'autant plus courte que ce rapport est plus élevé.

Le procédé, qui ne nécessite ni étuves, ni apport de calories, et qui est rapide, s'applique avec avantage à la fabrication "in situ" de matériau pouvant servir d'isolant dans le bâtiment et la construction. Il s'applique encore avec avantage aux procédés
10 de moulage avec automatisations.

D'autres avantages apparaîtront dans les exemples ci-après.

Exemple 1 :

A 2400 g d'une solution aqueuse de silicate de soude de rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 2,1$ à 39,7 % de matières sèches, on ajoute, sous
15 agitation dans un mélangeur RAYNERI, (marque déposée) 168 g de poudre de silicium de granulométrie comprise entre 50 et 100 microns, et 72 g de poudre d'aluminium de qualité semblable à celle utilisée en peinture ; on maintient l'agitation 2 mn. On ajoute ensuite, sans cesser l'agitation, 600 g de ciment de qualité dite
20 CPALC comme charge active ; on maintient l'agitation durant 1 mn puis on termine par l'introduction de 1440 g de kaolin, de granulométrie de 1 à 20 microns, l'agitation étant prolongée de 2 mn ; on choisit ici un kaolin de qualité dite kaolin n° 1 des kaolins d'ARVOR.

25 On note comme temps zéro, la fin de l'addition du kaolin.

Le mélange se présente sous l'aspect d'un liquide brun, épais. On le verse dans un moule de 50 x 40 cm et de 7 cm de hauteur, en tôle perforée. Le fond et les parois latérales sont recouvertes d'une épaisseur de non-tissé, pour éviter le passage du mélange
30 liquide.

Au départ, la hauteur du liquide pâteux dans le moule est de 1,5 cm.

Pendant 4 mn, on observe un moussage de liquide pâteux qui s'expande et atteint le haut du moule sans aucun phénomène thermique. Après 4 mn, on constate une brusque élévation de la température, avec dégagement de vapeur et séchage de la mousse. On
35 obtient un carreau que l'on peut démouler 4 à 5 mn plus tard, et dont la densité est de 0,25. Il présente des pores uniformes de 0,3 mm de diamètre.

40 La résistance en compression est de 13,5 kg/cm².

Les proportions de réactifs dans cet essai sont pour 100 parties de silicate de sodium de rapport 2,1 qui contient 39,7 % de matière sèche :

- 25 parties de ciment
- 5 - 60 parties de kaolin
- 7 parties de silicium
- 3 parties d'aluminium

Les proportions de réactifs sont ici exprimées en poids et rapportées à 100 parties de silicate. Il en est de même dans tous
10 les exemples suivants.

Exemples 2 à 20 :

On opère comme dans l'exemple 1 précédent, et on a réuni dans le tableau ci-après les compositions mises en oeuvre, ainsi que les durées de la 2ème étape et les caractéristiques du maté-
15 riau obtenu dans chaque essai.

Ex	Composition en grammes pour 100 g de solution de silicate alcalin de rapport 2,1					Durée en mn de la 2 ^{ème} étape	Diamètre des pores	Densité	Résistance en compression en kg/cm ²
	Al	Si	Al/Si	Al+Si	Charge active : ciment CPALC	Charge inactive : Kaolin			
1	3	7	3/7	10	25	Kaolin 60	0,3	0,25	13,5
2	3	4	3/4	7	"	Kaolin 60	0,1	0,28	11,5
3	4	3	4/3	7	"	Kaolin 60	0,1	0,33	8,5
4	3	6	3/6	9	"	Kaolin 40	0,3	0,50	40
5	6	2	6/2	8	"	Kaolin 60	0,1	0,33	8
6	4	2	4/2	6	"	Kaolin 60	0,1	0,40	15
7	1	4	1/4	5	"	Kaolin 60	2	0,41	24
8	2	4	2/4	6	"	Calcite 60	2	0,34	24
9	5	2	5/2	7	"	CaCO ₃ 70	0,2	0,32	13,5
10	2	4	2/4	6	"	CaCO ₃ 60	4	0,46	12

Ex	Composition en grammes pour 100 g de solution de silicate alcalin de rapport 2,1					Durée en mn de la 2ème étape	Diamètre des pores	Densité	Résistance en compression en kg/cm ²
	Al	Si	Al/Si	Al+Si	Charge active	Charge inactive			
11	4	4	4/4	8	Ciment CPALC	15 : CaCO ₃ 60	4	0,35	8
12	5	2	5/2	7	Ciment CPALC	20 : Dolomie 75	0,1	0,38	10
13	5	2	5/2	7	"	20 : Argile 60	0,1	0,30	23,5
14	5	2	5/2	7	"	20 : Silice 60	0,1	0,31	14
15	4	4	4/4	8	"	15 : Talc 60	0,2	0,31	13,5
16	5	2	5/2	7	"	20 : Ardoise 60	0,2	0,27	12
17	4	4	4/4	8	Chaux	10 : Kaolin 60	2	0,32	12
18	5	2	5/2	7	Chaux	10 : Kaolin 60	1	0,24	7
19	2	4	2/4	6	Chaux	10 : Kaolin 60	2	0,27	8
20	5	1	5/1	6	Anhydrite	40 : Kaolin 30	0,3	0,36	5,5

Les exemples 21 à 24 inclus sont donnés à titre de comparaison du procédé de l'invention avec des procédés connus.

Exemple 21 :

On a mis en oeuvre dans les deux essais a) et b) suivants un
5 porophore constitué de zinc finement divisé. On sait que le zinc réagit d'une manière analogue à l'aluminium et au silicium en présence de solution aqueuse alcaline.

a) 100 parties de silicate de sodium de rapport 2,1

60 parties de kaolin d'ARVOR (marque déposée) n°1

10 20 parties de ciment CPALC

10 parties de poudre de zinc, ont été mélangées et traitées comme dans l'exemple 1. On n'observe qu'un très faible dégagement d'hydrogène et très peu d'expansion et la mousse ne sèche pas.

15 b) La même composition qu'en a) ci-dessus dans laquelle le porophore est constitué par 5 parties de poudre de zinc et 2 parties de poudre d'aluminium, a été traitée comme dans l'exemple 1. On obtient une mousse qui ne sèche pas.

Exemple 22 :

20 On met en oeuvre, selon une technique connue, pour 100 parties en poids de solution de silicate alcalin, 60 parties de kaolin, 5 parties de ciment et a) 1 partie d'aluminium en poudre ; b) 2 parties d'aluminium en poudre. Dans les deux essais a) et b), au bout d'une semaine, la mousse ne sèche pas, et on n'obtient pas
25 de matériau rigide.

Exemple 23 :

On met en oeuvre, selon une technique connue, pour 100 parties en poids du même silicate que précédemment, 6 parties de silicium finement divisé et on réalise la suite des opérations de
30 l'exemple 1. Il se forme une mousse qui n'est sèche qu'après plus d'une heure, qui présente une faible densité, et qui est friable.

Exemple 24 :

On met en oeuvre les composants de l'exemple 7 ci-dessus à l'exception de la charge active. On choisit 60 parties de carbonate
35 de calcium de granulométrie comprise entre 1 et 40 microns, à titre de charge inactive. On observe une expansion de même ordre de grandeur que dans l'exemple 7, mais la mousse obtenue ne sèche pas même après plusieurs jours à l'air ambiant, et on n'obtient pas de matériau rigide.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de matériaux minéraux de faible densité et de résistance mécanique élevée à base de silicate alcalin expansé par la réaction d'une solution aqueuse de silicate d'un métal alcalin sur des éléments finement divisés agissant en tant qu'agent porophore, caractérisé en ce que dans une première étape, on mélange une solution aqueuse d'un silicate d'un métal alcalin avec un agent porophore constitué par un mélange des éléments aluminium et silicium à l'état finement divisé, et avec une matière de charge active finement divisée, jusqu'à obtenir un mélange homogène, puis dans une deuxième étape on coule le mélange obtenu dans un moule d'un volume supérieur au volume du mélange et dont les parois sont munies de perforations, de manière à permettre l'expansion du mélange et l'évacuation des calories et de la vapeur d'eau produites par la réaction, enfin dans une troisième étape on sépare du moule un matériau moulé poreux séché grâce aux calories produites par la réaction, et qui présente une faible densité, une résistance mécanique élevée, et des pores de diamètres pratiquement uniformes.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on choisit une solution de silicate de sodium dans laquelle le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est compris entre 1 et 3, et dans laquelle le taux de matières solides est compris entre 33 et 45 % en poids.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on choisit une solution de silicate de sodium dans laquelle le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est de l'ordre de 2 à 2,2.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les éléments Al et Si sont sous forme de poudre ayant une granulométrie de 10 à 100 microns, la quantité totale d'agent porophore étant comprise entre 2 et 15 % en poids rapportée à la quantité en poids de solution de silicate alcalin.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la quantité totale d'agent porophore est comprise entre 5 et 10 % en poids rapportée à la quantité en poids de solution de silicate alcalin.

6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on règle la durée des deux premières étapes entre 3 et 120 minutes au moyen du réglage de la quantité totale d'agent porophore entre 2 et 15 % rapportée à la quantité en poids de solution de silicate alcalin.

7. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que dans l'agent porophore la quantité en poids d'aluminium est comprise entre 0,1 et 10 % et la quantité de silicium est comprise entre 0,1 et 10 % en poids, rapportées à la quantité en poids de solution de silicate alcalin.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on ajoute au mélange dans la première étape une quantité comprise entre 5 et 100 % en poids, rapportée à la solution aqueuse de silicate de métal alcalin, d'une matière de charge active choisie parmi les ciments, l'anhydrite synthétique, la chaux éteinte.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre une quantité de charge active comprise entre 10 et 20 % en poids, rapportée à la solution de silicate alcalin.

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on ajoute au mélange dans la première étape à titre de charge inactive des matières minérales insolubles, à l'état finement divisé, en quantité en poids comprise entre 5 et 150 %, rapportée à la solution aqueuse de silicate alcalin.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'on choisit comme charge inactive un composé tel que kaolins, argiles, silices, sulfate de calcium dihydraté, sulfate de baryum, alumines, silicates et carbonates alcalino-terreux, de magnésium, d'aluminium, oxydes de magnésium, d'antimoine.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'on choisit une quantité de charges inactives comprise entre 60 et 120 % en poids, rapportée à la solution de silicate de métal alcalin.

13. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre la deuxième étape du procédé à l'aide d'un moule d'un volume compris entre 3 et 7 fois le volume du mélange liquide.

14. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on prépare un matériau dont on détermine à l'avance la densité, la porosité et la résistance en compression au moyen du choix de la quantité totale de porophore entre 2 et 15 % du silicate et du rapport pondéral Al/Si, la densité étant comprise entre 0,20 et 0,50 et étant d'autant plus faible que la quantité totale des porophores est plus élevée, la porosité étant telle que 80 % de pores a un diamètre pratiquement uniforme, la résistance en compression étant d'autant plus élevée que la quantité totale de charges

inactives et de porophore est plus élevée, et que le rapport Al/Si dans le porophore est moins élevé.

15. A titre de produit industriel nouveau, les matériaux obtenus par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, procédé caractérisé en ce qu'il ne comporte pas d'apport calorifique extérieur.

16. Application du procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 14 à la fabrication "in situ" de matériaux pouvant servir d'isolants dans le bâtiment et la construction.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.